

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

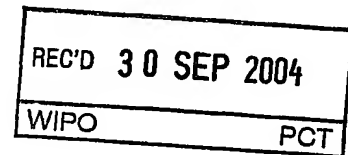
16.08.2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 9 月 1 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 3 0 8 3 7 1
Application Number:
[ST. 10/C] : [J P 2 0 0 3 - 3 0 8 3 7 1]



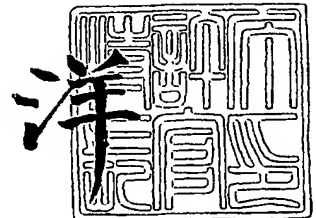
出 願 人 株式会社カネカ
Applicant(s):

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 4 年 9 月 1 7 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川



【書類名】 特許願
【整理番号】 OSK-5146
【提出日】 平成15年 9月 1日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 D01F 6/92
【発明者】
 【住所又は居所】 兵庫県高砂市米田町塩市 2 0 - 1 2
 【氏名】 増田 敏幸
【特許出願人】
 【識別番号】 000000941
 【氏名又は名称】 鐘淵化学工業株式会社
 【代表者】 武田 正利
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 005027
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 要約書 1

【書類名】特許請求の範囲

【請求項1】

ポリアルキレンテレフタレートおよびポリアルキレンテレフタレートを主体とした共重合ポリエステルの1種以上からなるポリエステル(A)100重量部および、有機環状リン化合物および／またはリン酸エステルアミド化合物(B)2～20重量部を熔融混練して得られる組成物から形成された難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

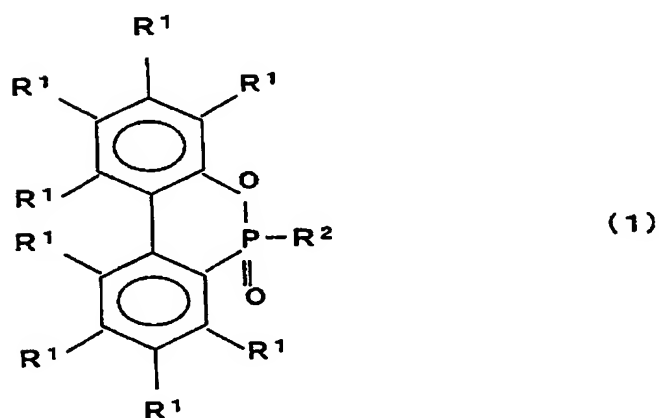
【請求項2】

(A)成分が、ポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレンテレフタレートおよびポリブチレンテレフタレートよりなる群から選ばれた少なくとも1種のポリマーである請求項1記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

【請求項3】

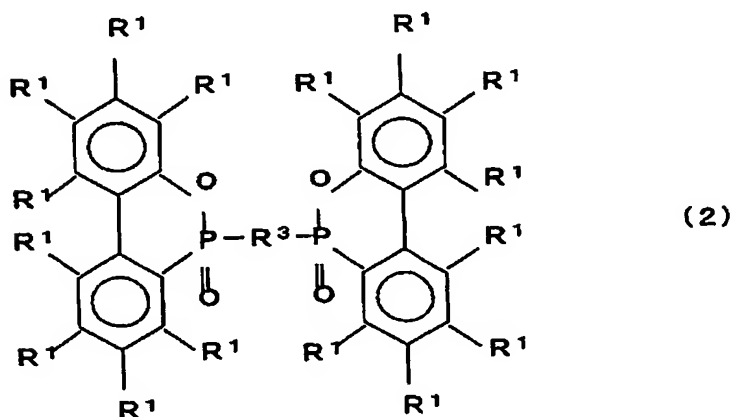
(B)成分が、一般式(1)～(9)：

【化1】



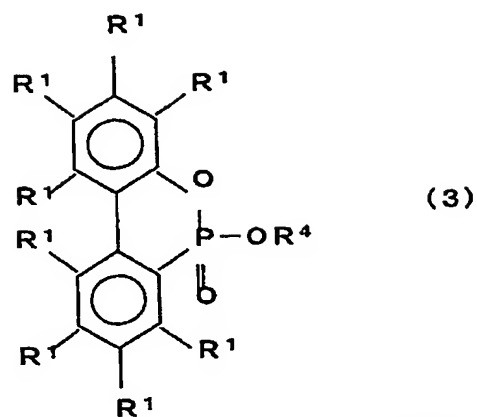
(式中、R1は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、R2は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基、直鎖または分岐を有するヒドロキシアルキル基、シクロアルキル基、置換または非置換のアリール基、置換または非置換のアラルキル基を示す)

【化2】



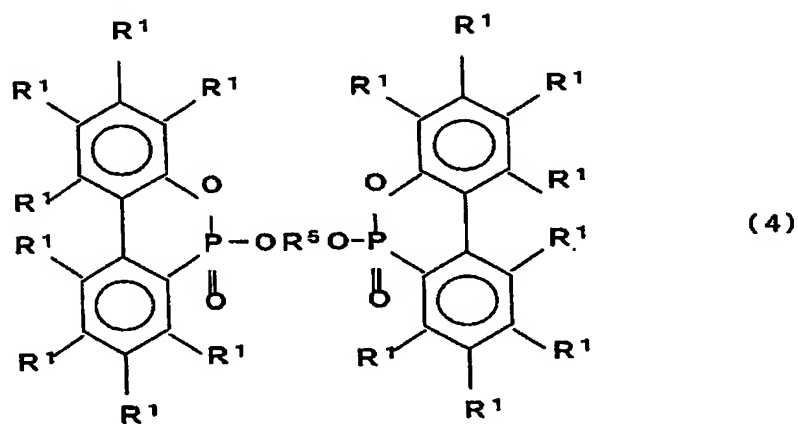
(式中、R1は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、R3は2価の直鎖または分岐を有するアルキレン基、直鎖または分岐を有するヒドロキシアルキレン基、シクロアルキレン基、主鎖中にエーテル酸素を有するアルキレン基、置換または非置換のアリール基、置換または非置換のアラルキル基、 α 、 α' -キシリレン基、置換- α 、 α' -キシリレン基、 α 、 α' -メタキシリレン基、置換- α 、 α' -キシリレン基を示す)

【化3】



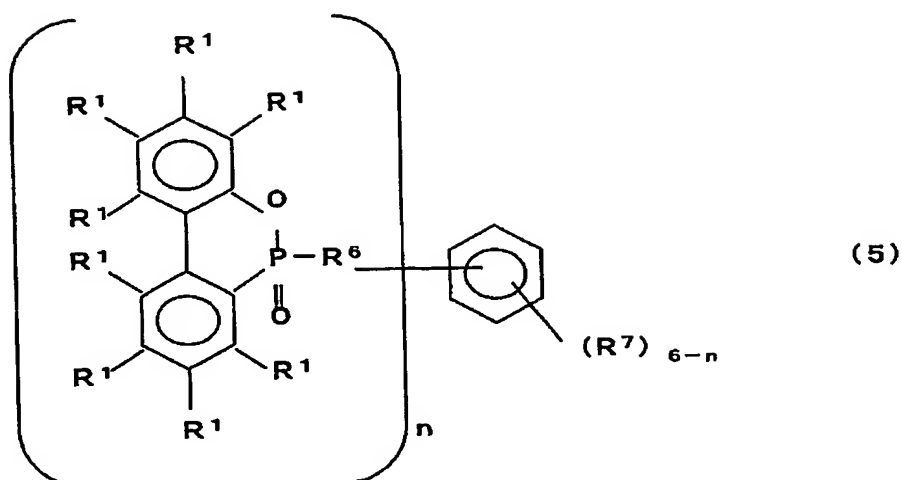
(式中、R¹は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、R⁴は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基、シクロアルキル基、置換または非置換のアリール基、置換または非置換のアラルキル基を示す)

【化4】



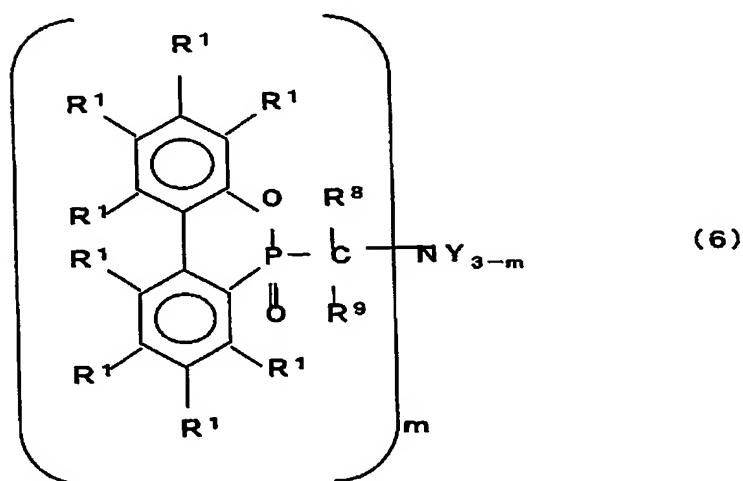
(式中、R¹は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、R⁵は2価の直鎖または分岐を有するアルキレン基、シクロアルキレン基、主鎖中にエーテル酸素を有するアルキレン基、置換または非置換のアリール基、置換または非置換のアラルキル基、 α 、 α' -キシリレン基、置換- α 、 α' -キシリレン基、 α 、 α' -メタキシリレン基、置換- α 、 α' -キシリレン基を示す)

【化5】



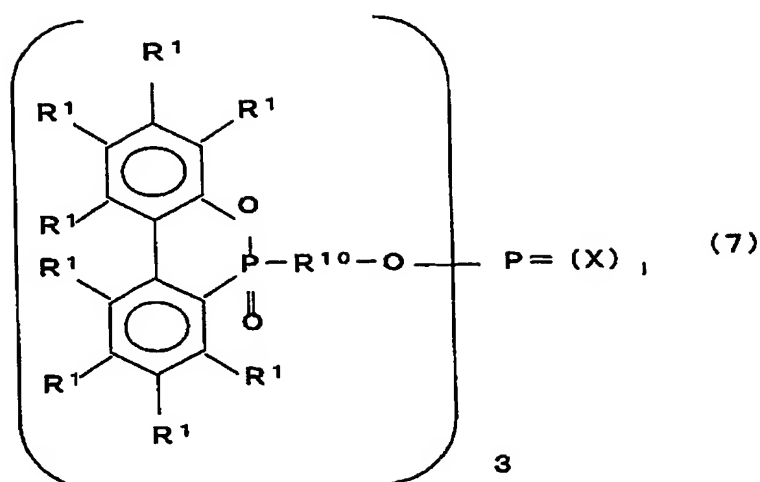
(式中、R¹は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、R⁶は2価の直鎖または分岐を有するアルキレン基、シクロアルキレン基、R⁷は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、nは1～6を示す)

【化6】



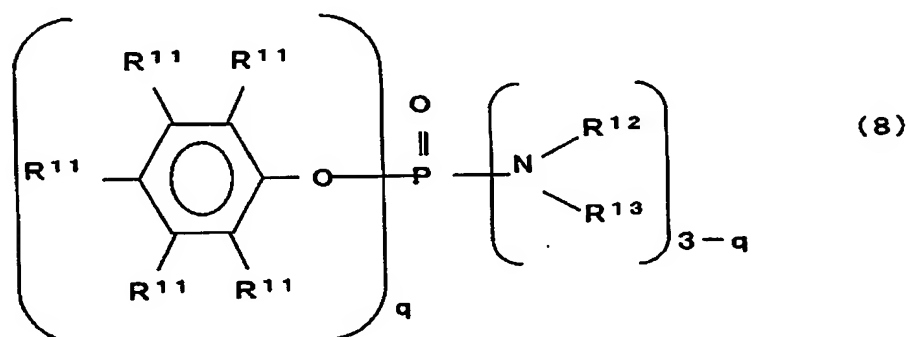
(式中、R¹は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、R⁸、R⁹は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基、シクロアルキル基、Yは水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基、シクロアルキル基、置換または非置換のアリール基、置換または非置換のアラルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、mは1～3を示す)

【化7】



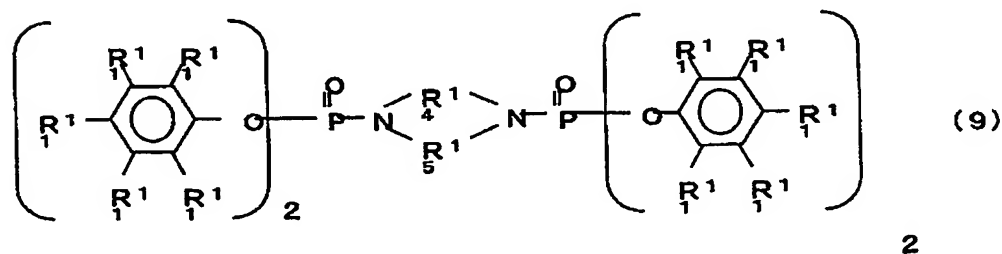
(式中、R¹は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、R¹⁰は2価の直鎖または分岐を有するアルキレン基、直鎖または分岐を有するヒドロキシアルキル基、シクロアルキレン基、主鎖中にエーテル酸素を有するアルキレン基、置換または非置換のアリール基、置換または非置換のアラルキル基、Xは酸素原子または硫黄原子、1は0または1を示す)

【化8】



(式中、R¹¹は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、R¹²、R¹³は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基、直鎖または分岐を有するヒドロキシアルキル基、シクロアルキル基、置換または非置換のアリール基、置換または非置換のアラルキル基、qは1または2を示す)

【化9】



(式中、R¹¹は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、R¹⁴、R¹⁵は2価の直鎖または分岐を有するアルキレン基、直鎖または分岐を有するヒドロキシアルキル基、シクロアルキレン基、主鎖中にエーテル酸素を有するアルキレン基、置換または非置換のアリール基、置換ま

たは非置換のアラルキル基を示す)

で表わされる有機環状リン化合物および／またはリン酸エステルアミド化合物である請求項 1 または 2 のいずれかに記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

【請求項 4】

(A) および (B) 成分からなる組成物に、さらに有機微粒子 (C) および／または無機微粒子 (D) が混合された、繊維表面に微細な突起を有する請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

【請求項 5】

(C) 成分が、ポリアリレート、ポリアミド、フッ素樹脂、シリコン樹脂、架橋アクリル樹脂、架橋ポリスチレンよりなる群から選ばれた少なくとも 1 種である請求項 4 記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

【請求項 6】

(D) 成分が、炭酸カルシウム、酸化ケイ素、酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化亜鉛、タルク、カオリン、モンモリロナイト、ペントナイト、マイカよりなる群から選ばれた少なくとも 1 種である請求項 4 記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

【請求項 7】

前記難燃性ポリエステル系繊維が、非捲縮生糸状である請求項 1 ～ 6 のいずれかに記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

【請求項 8】

前記難燃性ポリエステル系繊維が、原着されている請求項 1 ～ 7 のいずれかに記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

【請求項 9】

単繊維繊度が 5 ～ 100 d t e x である請求項 1 ～ 8 のいずれかに記載の難燃性ポリエステル系繊維。

【書類名】明細書

【発明の名称】難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維

【技術分野】

【0001】

本発明は、ポリエステルに特定のリン含有難燃剤を溶融混練して得られる組成物から形成された難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維に関する。さらに詳しくは、難燃性、耐熱性、強伸度などの繊維物性を維持し、セット性、耐ドリップ性、透明性、耐失透性に優れた人工毛髪用繊維に関するものである。

【背景技術】

【0002】

ポリエチレンテレフタレートまたはポリエチレンテレフタレートを主体とするポリエステルからなる繊維は、高融点、高弾性率で優れた耐熱性、耐薬品性を有していることから、カーテン、敷物、衣料、毛布、シーツ地、テーブルクロス、椅子張り地、壁装材、人工毛髪、自動車内装資材、屋外用補強材、安全ネットなどに広く使用されている。

【0003】

かつら、ヘアーウィッグ、付け毛、ヘアーバンド、ドールヘアーなどの頭髮製品においては、従来、人毛や人工毛髪（モダクリル繊維、ポリ塩化ビニル繊維）などが使用されてきている。しかし、人毛の提供は困難になってきており、人工毛髪の重要性が高まってきた。

【0004】

人工毛髪素材として、難燃性の特徴を生かしてモダクリル繊維が多く使用されてきているが、耐熱性の点では不十分である。

【0005】

近年、耐熱性に優れたポリエチレンテレフタレートに代表されるポリエステルを主成分とする繊維を用いた人工毛髪が提案されるようになってきている。

【0006】

しかしながら、ポリエチレンテレフタレートを代表とするポリエステルからの繊維は、可燃性素材であるため、耐燃性が不十分である。

【0007】

従来、ポリエステル繊維の耐燃性を向上させようとする試みは種々なされており、たとえばリン原子を含有する難燃性モノマーを共重合させたポリエステルからの繊維にする方法や、ポリエステル繊維に難燃剤を含有させる方法などが知られている。

【0008】

前者の難燃性モノマーを共重合させる方法としては、たとえば、リン原子が環員子となっていて熱安定性の良好なリン化合物を共重合させる方法（特許文献1）、また、カルボキシホスフィン酸を共重合させる方法（特許文献2）、ポリアリレートを含むポリエステルにリン化合物を配合または共重合させる方法（特許文献3）などが提案されている。

【0009】

前記難燃化技術を人工毛髪に適用したものとしては、たとえばリン化合物を共重合させたポリエステル繊維が提案されている（特許文献4、5）。

【0010】

しかしながら、人工毛髪には高い耐燃性が要求されるため、これらの共重合ポリエステル繊維を人工毛髪に使用するには、その共重合量を多くしなければならず、その結果、ポリエステルの耐熱性が大幅に低下し、溶融紡糸が困難になったり、火炎が接近した場合、着火・燃焼はしないが、溶融・ドリップするという別の問題が発生する。また、前記リン系難燃剤を配合した場合、難燃性を発現するためその添加量を多くする必要があることにも起因するべたつき感の増加に加え、得られたポリエステル繊維からなる人工毛髪に熱履歴や高湿の条件下において、失透という繊維の外観上の問題が発生しやすいという課題がある。

【0011】

このように、従来のポリエステル繊維の難燃性、耐熱性、強伸度などの繊維物性を維持し、セット性、耐ドリップ性、透明性、耐失透性に優れた人工毛髪は、いまだ得られていないのが実状である。

【特許文献1】特公昭55-41610号公報

【特許文献2】特公昭53-13479号公報

【特許文献3】特開平11-124732号公報

【特許文献4】特開平3-27105号公報

【特許文献5】特開平5-339805号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

本発明は、前述のごとき従来の問題を解決した、通常のポリエステル繊維の耐熱性、強伸度など繊維物性を維持し、難燃性、セット性、耐ドリップ性、透明性、耐失透性に優れ、さらに、繊維の艶がコントロールされた難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0013】

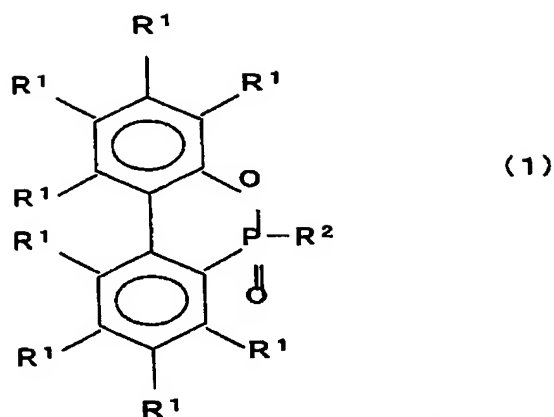
本発明者らは、前記課題を解決するために鋭意検討を重ねた結果、ポリエステルに有機環状リン化合物および／またはリン酸エステルアミド化合物を熔融混練して得られる組成物を熔融紡糸することにより、通常のポリエステル繊維の耐熱性、強伸度など繊維物性を維持し、難燃性、セット性、耐ドリップ性、透明性、耐失透性に優れた難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維が得られることを見出した。本発明において見出した、有機環状リン化合物および／またはリン酸エステルアミド化合物は従来使用されていた添加型リン系難燃剤に比較して、少量の添加で十分な難燃性が得られることから、繊維物性を維持することができる。さらに、反応型リン系難燃剤と比較すると、ポリマー主鎖中にリン系難燃剤ユニットが導入されないため、耐熱性、耐ドリップ性を維持することができる。また、有機微粒子及び／又は無機微粒子を前記組成物に混合することにより、繊維物性の低下を招くことなく、繊維の艶をコントロールすることができることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0014】

すなわち、本発明は、ポリアルキレンテレフタレートおよびポリアルキレンテレフタレートを主体とした共重合ポリエステルの1種以上からなるポリエステル(A)100重量部に対し、有機環状リン化合物および／またはリン酸エステルアミド化合物(B)2～20重量部を熔融混練して得られる組成物から形成された難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維であり、好ましくは、(A)成分が、ポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレンテレフタレートおよびポリブチレンテレフタレートよりなる群から選ばれた少なくとも1種のポリマーである上記難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維、(B)成分が、一般式(1)～(9)：

【0015】

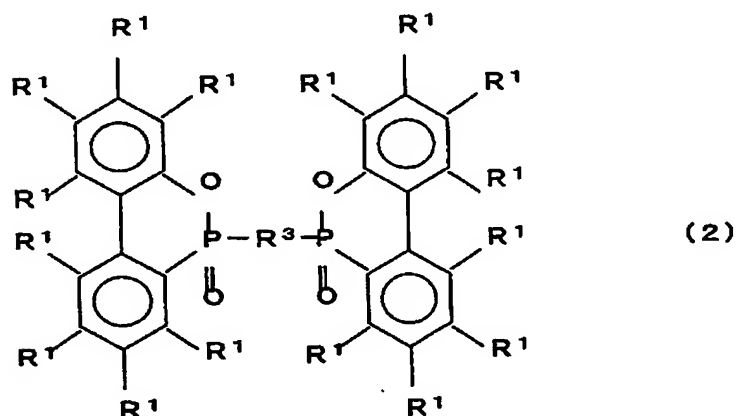
【化10】



(式中、R¹は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、R²は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基、直鎖または分岐を有するヒドロキシアルキル基、シクロアルキル基、置換または非置換のアリール基、置換または非置換のアラルキル基を示す)

【0016】

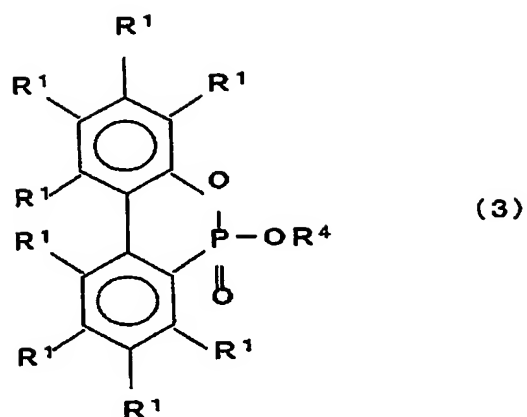
【化11】



(式中、R¹は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、R³は2価の直鎖または分岐を有するアルキレン基、直鎖または分岐を有するヒドロキシアルキレン基、シクロアルキレン基、主鎖中にエーテル酸素を有するアルキレン基、置換または非置換のアリール基、置換または非置換のアラルキル基、 α 、 α' -キシリレン基、置換- α 、 α' -キシリレン基、 α 、 α' -メタキシリレン基、置換- α 、 α' -キシリレン基を示す)

【0017】

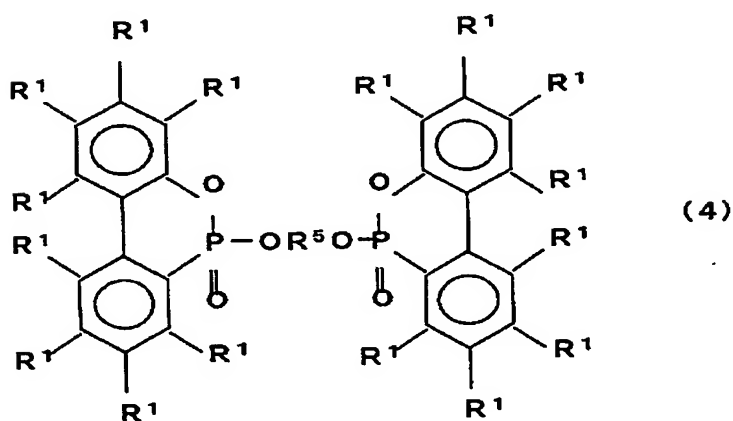
【化12】



(式中、R¹は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、R⁴は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基、シクロアルキル基、置換または非置換のアリール基、置換または非置換のアラルキル基を示す)

【0018】

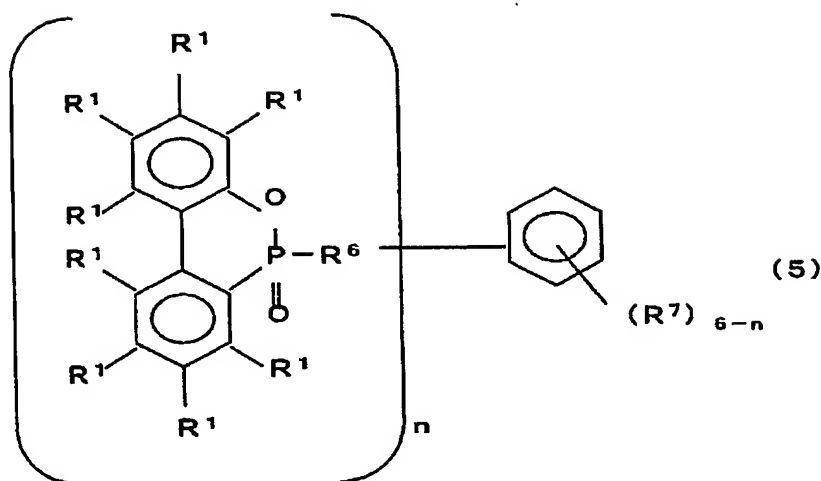
【化13】



(式中、R¹は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、R⁵は2価の直鎖または分岐を有するアルキレン基、シクロアルキレン基、主鎖中にエーテル酸素を有するアルキレン基、置換または非置換のアリール基、置換または非置換のアラルキル基、 α 、 α' -キシリレン基、置換 α 、 α' -キシリレン基、 α 、 α' -メタキシリレン基、置換 α 、 α' -キシリレン基を示す)

【0019】

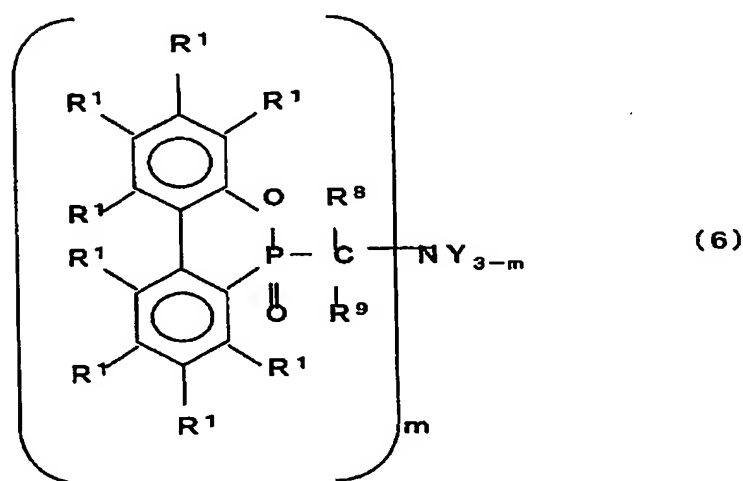
【化14】



(式中、R¹は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、R⁶は2価の直鎖または分岐を有するアルキレン基、シクロアルキレン基、R⁷は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、nは1～6を示す)

【0020】

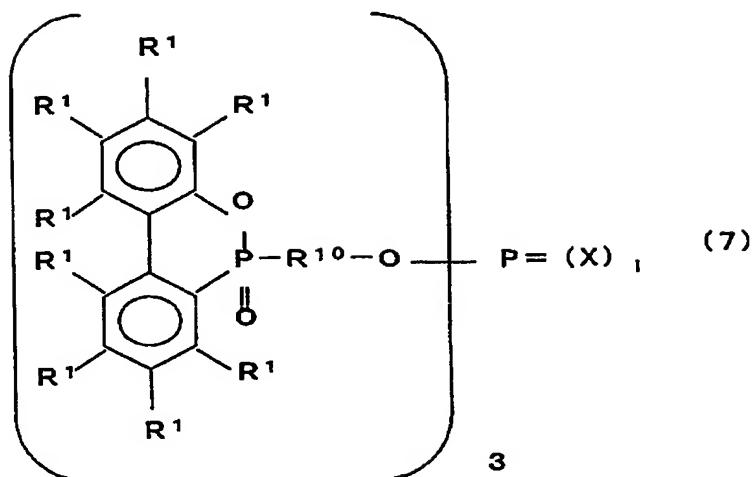
【化15】



(式中、R¹は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、R⁸、R⁹は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基、シクロアルキル基、Yは水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基、シクロアルキル基、置換または非置換のアリール基、置換または非置換のアラルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、mは1～3を示す)

【0021】

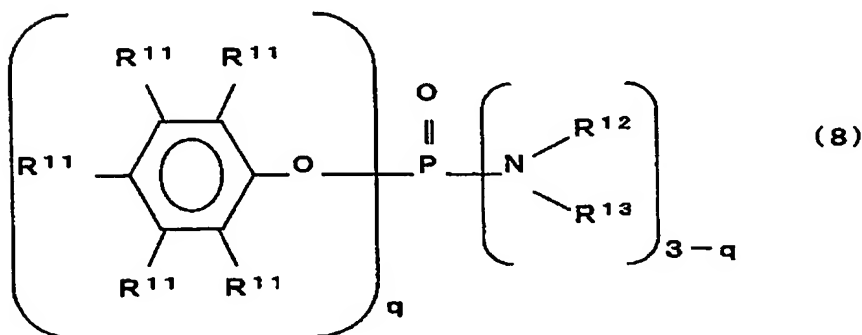
【化16】



(式中、R¹は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、R¹⁰は2価の直鎖または分岐を有するアルキレン基、直鎖または分岐を有するヒドロキシアリル基、シクロアルキレン基、主鎖中にエーテル酸素を有するアルキレン基、置換または非置換のアリール基、置換または非置換のアラルキル基、Xは酸素原子または硫黄原子、1は0または1を示す)

【0022】

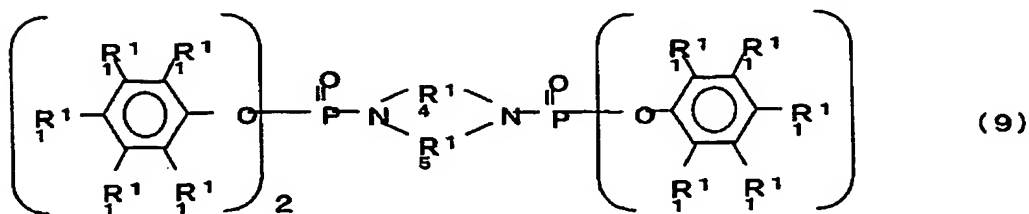
【化17】



(式中、R¹¹は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、R¹²、R¹³は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基、直鎖または分岐を有するヒドロキシアリル基、シクロアルキル基、置換または非置換のアリール基、置換または非置換のアラルキル基、qは1または2を示す)

【0023】

【化18】



2

(式中、R¹¹は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、R¹⁴、R¹⁵は2価の直鎖または分岐を有

するアルキレン基、直鎖または分岐を有するヒドロキシアルキル基、シクロアルキレン基、主鎖中にエーテル酸素を有するアルキレン基、置換または非置換のアリール基、置換または非置換のアラルキル基を示す)

で表わされる有機環状リン化合物および／またはリン酸エステルアミド化合物である上記難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維に関する。

さらには、(A) および (B) 成分からなる組成物に、有機微粒子 (C) および／または無機微粒子 (D) を混合して、繊維表面に微細な突起を形成することを特徴とし、(C) 成分が、ポリアリレート、ポリアミド、フッ素樹脂、シリコン樹脂、架橋アクリル樹脂、架橋ポリスチレンよりなる群から選ばれた少なくとも 1 種であり、(D) 成分が炭酸カルシウム、酸化ケイ素、酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化亜鉛、タルク、カオリン、モンモリロナイト、ベントナイト、マイカよりなる群から選ばれた少なくとも 1 種である上記難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維に関する。

【0024】

また、上記難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維は非捲縮生糸状であり、原着されており、単繊維繊維度が 5～100 dtex であることが好ましい。

【発明の効果】

【0025】

本発明によると、通常のポリエステル繊維の耐熱性、強伸度など繊維物性を維持し、難燃性、セット性、耐ドリップ性、透明性、耐失透性に優れ、繊維の艶がコントロールされたポリエステル系繊維およびそれを用いた人工毛髪が得られる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0026】

本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維は、ポリアルキレンテレフタレートおよびポリアルキレンテレフタレートを主体とした共重合ポリエステルの 1 種以上からなるポリエステル (A)、有機環状リン化合物および／またはリン酸エステルアミド化合物 (B) を溶融混練して得られる組成物を溶融紡糸した繊維である。

【0027】

本発明に用いられるポリエステル (A) に含まれるポリアルキレンテレフタレートまたはポリアルキレンテレフタレートを主体とした共重合ポリエステルとしては、たとえばポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレートなどのポリアルキレンテレフタレートおよび／またはこれらのポリアルキレンテレフタレートを主体とし、少量の共重合成分を含有する共重合ポリエステルがあげられる。

【0028】

前記主成分とするとは、80モル%以上含有することをいう。

【0029】

前記共重合成分としては、たとえばイソフタル酸、オルトフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、パラフェニレンジカルボン酸、トリメリット酸、ピロメリット酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ドデカン二酸などの多価カルボン酸、それらの誘導体、5-ナトリウムスルホイソフタル酸、5-ナトリウムスルホイソフタル酸ジヒドロキシエチルなどのスルホン酸塩を含むジカルボン酸、その誘導体、1,2-プロパンジオール、1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、ネオペンチルグリコール、1,4-シクロヘキサジメタノール、ジエチレングリコール、ポリエチレングリコール、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール、4-ヒドロキシ安息香酸、ε-カプロラク톤などがあげられる。

【0030】

前記共重合ポリエステルは、通常、主体となるテレフタル酸および／またはその誘導体（たとえばテレフタル酸メチル）と、アルキレングリコールとの重合体に少量の共重合成分を含有させて反応させることにより製造するのが、安定性、操作の簡便性の点から好ましいが、主体となるテレフタル酸および／またはその誘導体（たとえばテレフタル酸メチル）と、アルキレングリコールとの混合物に、さらに少量の共重合成分であるモノマーま

たはオリゴマー成分を含有させたものを重合させることにより製造してもよい。

【0031】

前記共重合ポリエステルは、主体となるポリアルキレンテレフタレートの主鎖および／または側鎖に前記共重合成分が重縮合していればよく、共重合の仕方などには特別な限定はない。

【0032】

前記ポリアルキレンテレフタレートを主体とした共重合ポリエステルの具体例としては、たとえばポリエチレンテレフタレートを主体とし、ビスフェノールAのエチレングリコールエーテルを共重合したポリエステル、1,4-シクロヘキサンジメタノールを共重合したポリエステル、5-ナトリウムスルホイソフタル酸ジヒドロキシエチルを共重合したポリエステルなどがあげられる。

【0033】

前記ポリアルキレンテレフタレートおよびその共重合ポリエステルは、1種で用いてもよく、2種以上を組み合わせて用いてもよい。これらのうちでは、ポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、共重合ポリエステル（ポリエチレンテレフタレートを主体とし、ビスフェノールAのエチレングリコールエーテルを共重合したポリエステル、1,4-シクロヘキサンジメタノールを共重合したポリエステル、5-ナトリウムスルホイソフタル酸ジヒドロキシエチルを共重合したポリエステルなど）が好ましく、これらは2種以上混合したものも好ましい。

【0034】

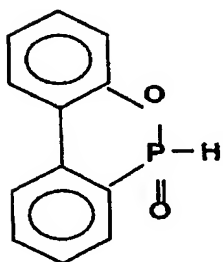
(A) 成分の固有粘度としては、0.5～1.4であるのが好ましく、さらには0.6～1.2であるのが好ましい。固有粘度が0.5未満の場合、得られる繊維の機械的強度が低下する傾向が生じ、1.4をこえると、分子量の増大に伴い熔融粘度が高くなり、熔融紡糸が困難になったり、織度が不均一になる傾向が生じる。

【0035】

本発明に用いられる有機環状リン化合物および／またはリン酸エステルアミド化合物（B）は、一般式（1）～（9）で表される構造を有する化合物であり、具体的には、たとえば、以下に示す化合物群、

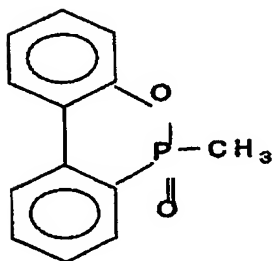
【0036】

【化19】



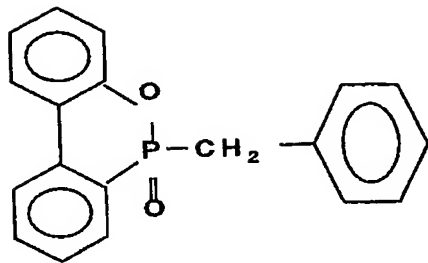
【0037】

【化20】



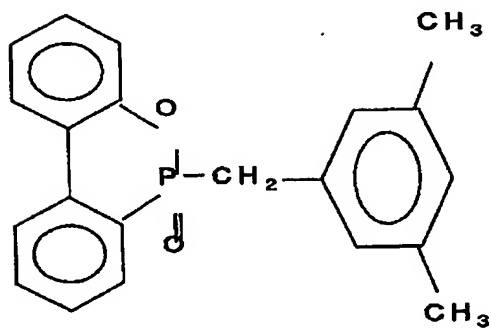
【0038】

【化 2 1】



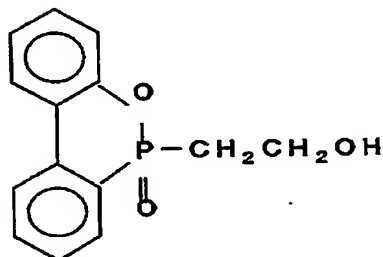
【0039】

【化 2 2】



【0040】

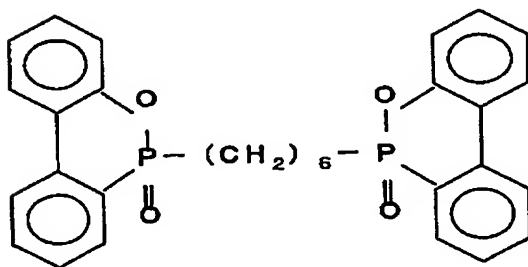
【化 2 3】



などの一般式 (1) で表される化合物、

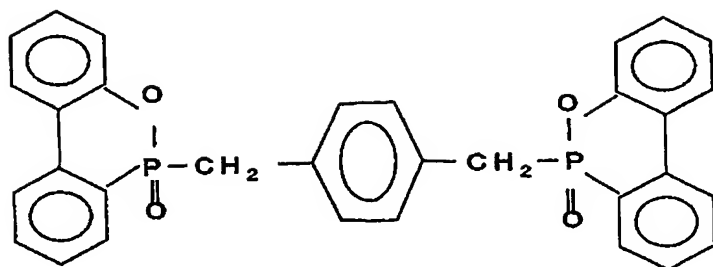
【0041】

【化 2 4】



【0042】

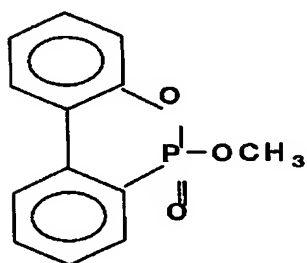
【化 25】



などの一般式 (2) で表される化合物、

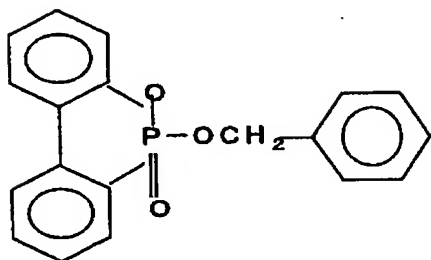
【0043】

【化 26】



【0044】

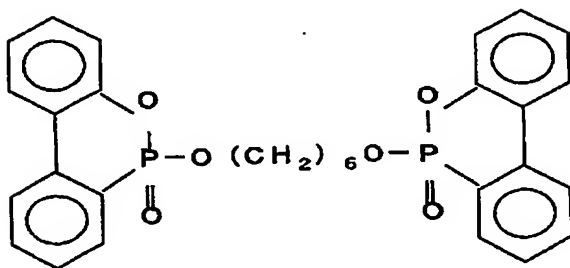
【化 27】



などの一般式 (3) で表される化合物、

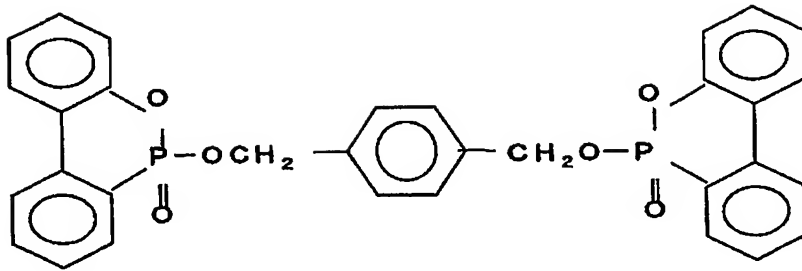
【0045】

【化 28】



【0046】

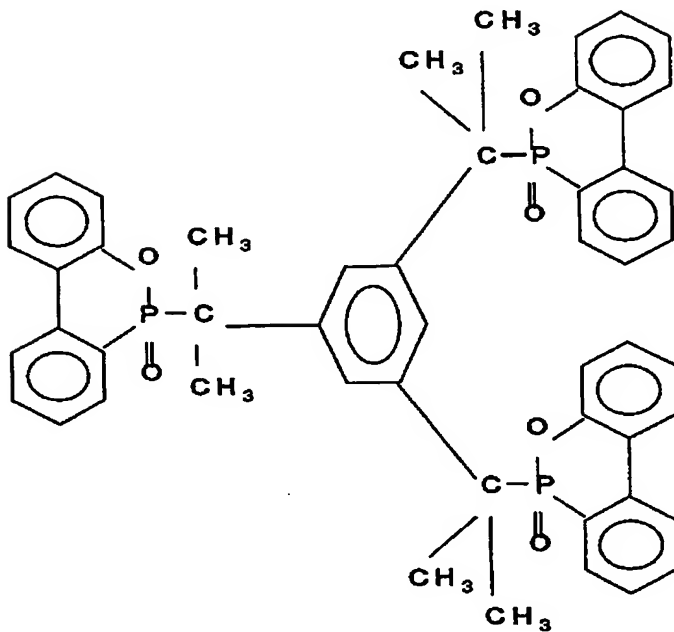
【化 29】



などの一般式 (4) で表される化合物、

【0047】

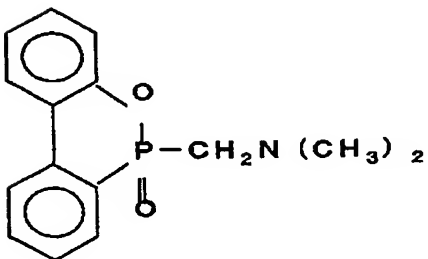
【化 30】



などの一般式 (5) で表される化合物、

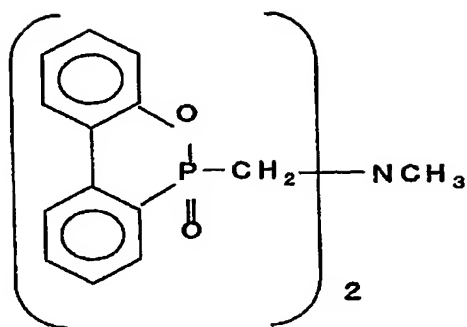
【0048】

【化 31】



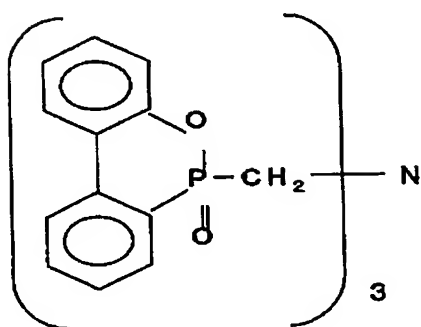
【0049】

【化 3 2】



【0050】

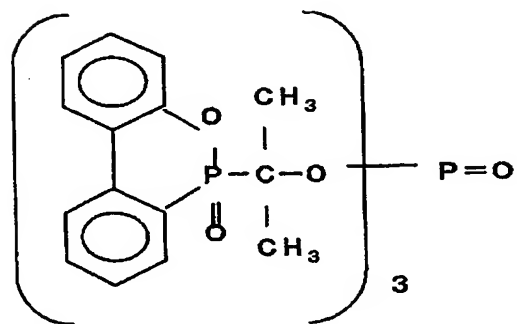
【化 3 3】



などの一般式 (6) で表される化合物、

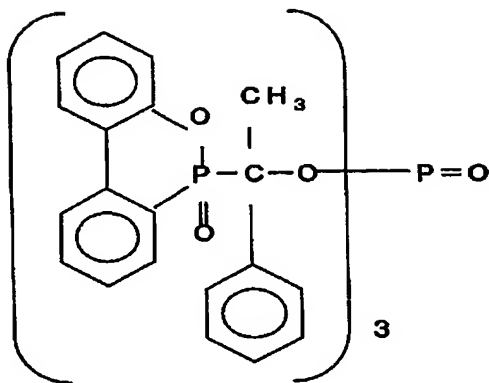
【0051】

【化 3 4】



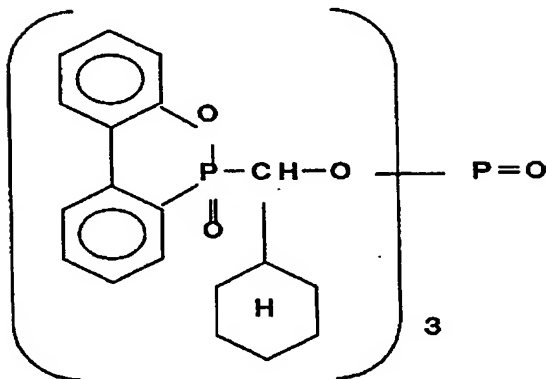
【0052】

【化35】



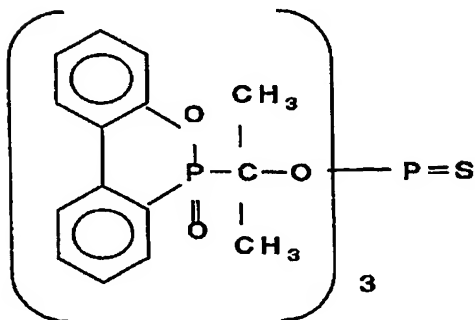
【0053】

【化36】



【0054】

【化37】

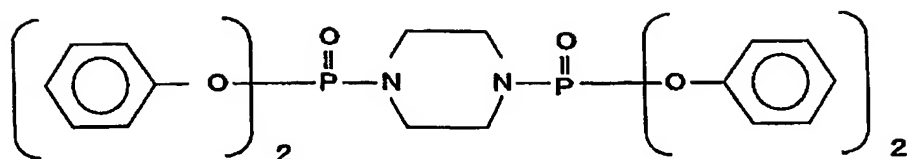


などの一般式 (7) で表される化合物、

ジフェニル (シクロヘキシルアミド) ホスフェート、ジフェニル (ジエチルアミド) ホスフェート、ジフェニル (モルホリド) ホスフェート、ジフェニル (オクチルアミド) ホスフェート、ジフェニル (ベンジルアミド) ホスフェート、ジフェニル (アリルアミド) ホスフェート、ジフェニル (アニリド) ホスフェート、(ジモルホリド) フェニルホスフェートなどの一般式 (8) で表される化合物、

【0055】

【化 38】



などの一般式 (9) で表される化合物などが挙げられる。

【0056】

上記 (B) 成分の使用量は、(A) 成分 100 重量部に対し、2～20 重量部が好ましく、3～18 重量部がより好ましく、4～16 重量部がさらに好ましい。使用量が 2 重量部より少ないと難燃効果が得られ難くなり、20 重量部より多いと機械的特性、耐熱性、耐ドリップ性、耐失透性が損なわれる。

【0057】

本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維は、有機微粒子 (C) および／または無機微粒子 (D) を混合して、繊維表面に微細な突起を形成し、繊維表面の光沢、つやを調整することができる。本発明で使用する有機環状リン化合物および／またはリン酸エステルアミド化合物 (B) と上記 (C) および／または (D) 成分とを併用した場合、他のリン系難燃剤と併用した場合に比べて、自然な艶、光沢が得られる。

【0058】

(C) 成分としては、主成分である (A) 成分および／または (B) 成分と相溶しないか、部分的に相溶しない構造を有する有機樹脂成分であれば使用することができ、たとえば、ポリアリレート、ポリアミド、フッ素樹脂、シリコン樹脂、架橋アクリル樹脂、架橋ポリスチレンなどが挙げられる。これらは 1 種で用いてもよく、2 種以上を組み合わせ用いてもよい。

【0059】

(D) 成分としては、繊維の透明性、発色性への影響から、(A) および／または (B) 成分の屈折率に近い屈折率を有するものが好ましく、たとえば、炭酸カルシウム、酸化ケイ素、酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化亜鉛、タルク、カオリン、モンモリロナイト、ペントナイト、マイカなどが挙げられる。

【0060】

本発明に使用する難燃性ポリエステル系組成物は、たとえば、(A) および (B) 成分と必要に応じ (C) 成分または (D) 成分を事前にドライブレンドした後、種々の一般的な混練機を用いて熔融混練することにより製造することができる。また、

前記混練機の例としては、たとえば一軸押出機、二軸押出機、ロール、バンバリーミキサー、ニーダーなどがあげられる。これらのうちでは、二軸押出機が、混練度の調整、操作の簡便性の点から好ましい。

【0061】

本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維は、前記難燃性ポリエステル系組成物を通常の熔融紡糸法で熔融紡糸することにより製造することができる。

【0062】

すなわち、たとえば、押出機、ギアポンプ、口金などの温度を 270～310℃とし、熔融紡糸し、紡出糸条を加熱筒を通過させたのち、ガラス転移点以下に冷却し、50～5000 m/分の速度で引き取ることにより紡出糸が得られる。また、紡出糸条を冷却用の水を入れた水槽で冷却し、繊度のコントロールを行なうことも可能である。加熱筒の温度や長さ、冷却風の温度や吹付量、冷却水槽の温度、冷却時間、引取速度は、吐出量および口金の孔数によって適宜調整することができる。

【0063】

得られた未延伸糸は熱延伸されるが、延伸は未延伸糸を一旦巻き取ってから延伸する 2 工程法および巻き取ることなく連続して延伸する直接紡糸延伸法のいずれの方法によって

もよい。熱延伸は、1段延伸法または2段以上の多段延伸法で行なわれる。熱延伸における加熱手段としては、加熱ローラ、ヒートプレート、スチームジェット装置、温水槽などを使用することができ、これらを適宜併用することもできる。

【0064】

本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維には、必要に応じて、(B)成分以外の難燃剤、耐熱剤、光安定剤、蛍光剤、酸化防止剤、静電防止剤、顔料、可塑剤、潤滑剤などの各種添加剤を含有させることができる。顔料を含有させることにより、原着繊維を得ることができる。

【0065】

このようにして得られる本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維は、非捲縮生糸状の繊維であり、その繊維度は、通常、30～80 d t e x、さらには35～75 d t e xであるのが、人工毛髪用に適している。また、人工毛髪用繊維としては、160～200℃で美容熱器具（ヘアーアイロン）が使用できる耐熱性を有しており、着火しにくく、自己消火性を有していることが好ましい。

【0066】

本発明の難燃性ポリエステル系繊維が原着されている場合、そのまま使用することができるが、原着されていない場合、通常の難燃性ポリエステル系繊維と同様の条件で染色することができる。

【0067】

染色に使用される顔料、染料、助剤などとしては、耐候性および難燃性のよいものが好ましい。

【0068】

本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維は、美容熱器具（ヘアーアイロン）を用いたカールセット性に優れ、カールの保持性にも優れる。また、繊維表面の凹凸により、適度に艶消されており、人工毛髪として使用することができる。さらに、繊維表面処理剤、柔軟剤などの油剤を使用し、触感、風合を付与して、より人毛に近づけることができる。

【0069】

また、本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維は、モダアクリル繊維、ポリ塩化ビニル繊維、ナイロン繊維など、他の人工毛髪素材と併用してもよいし、人毛と併用してもよい。

【0070】

かつら、ヘアーウィッグ、付け毛などの頭髮製品に使用される人毛は、一般に、キューティクルの処理や脱色および染色されており、触感、くし通りを確保するために、シリコン系の繊維表面処理剤、柔軟剤を使用しているため、未処理の人毛とは異なり易燃性であるが、本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維と人毛とを人毛混率60%以下で混合した場合、良好な難燃性を示す。

【実施例】

【0071】

つぎに、本発明を実施例に基づいてさらに具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0072】

なお、特性値の測定法は、以下のとおりである。
(強度および伸度)

インテスコ社製、INTESCO Model 201型を用いて、フィラメントの引張強伸度を測定する。長さ40mmのフィラメント1本を取り、フィラメントの両端10mmを、接着剤を糊付けした両面テープを貼り付けた台紙（薄紙）で挟み、一晚風乾させて、長さ20mmの試料を作製する。試験機に試料を装着し、温度24℃、湿度80%以下、荷重1/30 g f × 繊維度（デニール）、引張速度20mm/分で試験を行ない、強伸度を測定する。同じ条件で試験を10回繰り返し、平均値をフィラメントの強伸度とする

。(難燃性)

織度約 50 d t e x のフィラメントを 150 mm の長さに切り、0.7 g を束ね、一方の端をクランプで挟んでスタンドに固定して垂直に垂らす。有効長 120 mm の固定したフィラメントに 20 mm の炎を 3 秒間接炎させ、燃焼させる。燃焼性は、残炎時間が 0 秒（着火しない）を◎、3 秒未満を○、3～10 を△、10 秒以上を×とし、また、耐ドリップ性は、消火するまでのドリップ数が 0 を◎、5 以下を○、6～10 を△、11 以上を×として評価する。

(光沢)

長さ 30 cm、総織度 10 万 d t e x のトウフィラメントを太陽光のもと、目視により評価する。

【0073】

- ◎：人毛に等しいレベルに光沢が調整されている
- ：適度に光沢が調整されている
- △：若干光沢が多すぎる、または、若干光沢が少なすぎる
- ×：光沢が多すぎる、または、光沢が少なすぎる

(透明性)

長さ 30 cm、総織度 10 万 d t e x のトウフィラメントを太陽光のもと、目視により評価する。

- ：透明感があり、色の深み（鮮やかさ）がある
- △：若干不透明感（曇り）がある
- ×：不透明感があり、色の深みがない

(耐失透性)

長さ 10 cm、総織度 10 万 d t e x のトウフィラメントをスチーム加工（120℃、相対湿度 100% で 1 時間）した後、室温で十分に乾燥する。スチーム加工前後の光沢、色相の変化を比較し、目視評価する。スチーム加工前後での変化が大きい程耐失透性が悪い。

- ◎：光沢、色相とも変化なし
- ：光沢変化なし、色相若干変化あり
- △：光沢、色相とも若干変化あり
- ×：光沢、色相とも明確な変化あり

(カールセット性)

蓑毛にしたフィラメントを 32 mm Φ のパイプに巻きつけ、120℃、相対湿度 100% で 60 分間のスチーム加工条件でカールセットし、室温で 60 分間エイジングしたのちに、カールしたフィラメントの一端を固定し釣り下げ、カールの状態を目視評価する。これをカールの付きやすさの指標とし、長さが短く、形良くカールが付いているものが好ましい。

- ：形良くカールが付いている
- △：若干カールが伸びている
- ×：カールが伸びて、形が崩れている。

(アイロンセット性)

ヘアーアイロンによるカールセットのしやすさ、カール形状の保持性の指標である。フィラメントを 180℃ に加熱したヘアーアイロンにかるく挟み、3 回抜き予熱する。このときのフィラメント間の融着、櫛通り、フィラメントの縮れ、糸切れを目視評価する。つぎに、予熱したフィラメントをヘアーアイロンに巻きつけ、10 秒間保持し、アイロンを引き抜く。このときの抜きやすさ（ロッドアウト性）、抜いたときのカールの保持性を目視評価する。

(実施例 1～16)

水分量 100 p p m 以下に乾燥したポリエチレンテレフタレート、リン含有難燃剤、有機微粒子、無機微粒子からなる表 1 に示す比率の組成物に、着色用ポリエステルペレット P

ESM6100 BLACK (大日精化工業 (株) 製、カーボンブラック含有量 30%、ポリエステルは (A) 成分に含まれる) 2 部を添加してドライブレンドし、二軸押出機に供給し、280℃で溶融混練し、ペレット化したのちに、水分量 100 ppm 以下に乾燥させた。ついで、溶融紡糸機を用いて 280℃でノズル径 0.5 mm の丸断面ノズル孔を有する紡糸口金より溶融ポリマーを吐出し、口金下 30 mm の位置に設置した水温 50℃の水浴中で冷却し、100 m/分 の速度で巻き取って未延伸糸を得た。得られた未延伸糸を 80℃の温水浴中で延伸を行ない、4 倍延伸糸とし、200℃に加熱したヒートロールを用いて、100 m/分 の速度で巻き取り、熱処理を行ない、単繊維織度が 50 dtex 前後のポリエステル系繊維 (マルチフィラメント) を得た。

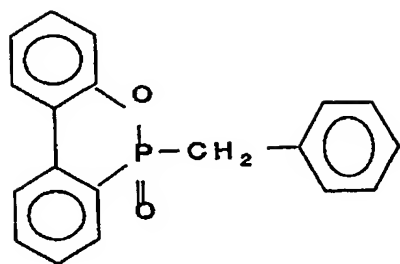
【0074】

【表1】

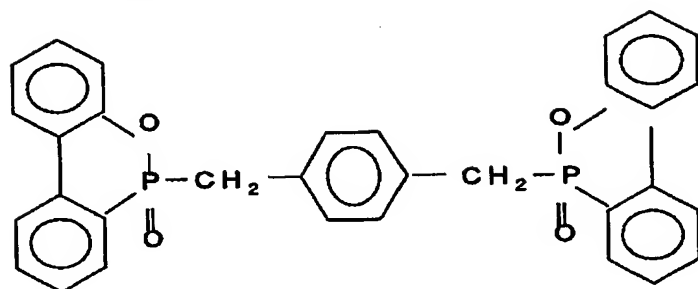
	実施例											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
ポリエチレンテレフタレート*1	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
リン含有難燃剤 (1) *2	4	8	8	8								
リン含有難燃剤 (2) *3					6	10						
リン含有難燃剤 (3) *4							4	8				
リン含有難燃剤 (4) *5									6			
リン含有難燃剤 (5) *6										10		
リン含有難燃剤 (6) *7											8	
リン含有難燃剤 (7) *8												6
ポリアリレート*9			1	0.4						0.8		
タルク*10	1	0.8		0.8	0.8	0.6	1	0.8	1		0.8	1.0
シリカ*11	1	0.8			0.8	0.6	1	0.8	1		0.8	1.0

*1: ペルペットEFG-85A、カネボウ合繊(株)製

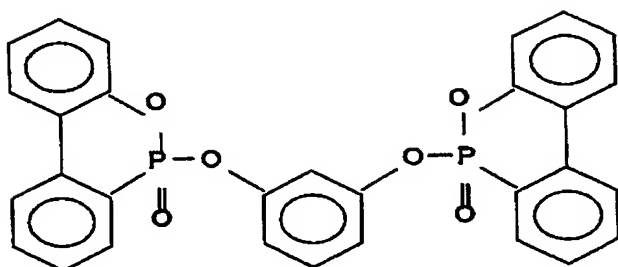
* 2 :
【0075】
【化39】



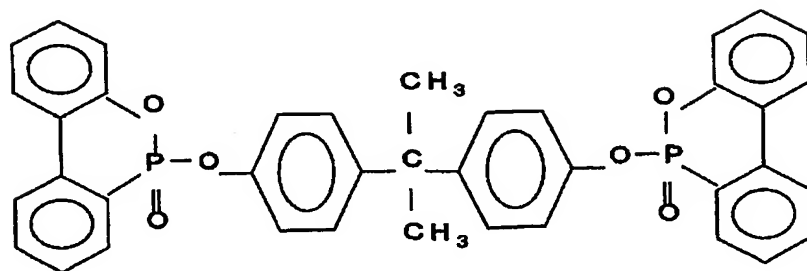
* 3 :
【0076】
【化40】



* 4 :
【0077】
【化41】

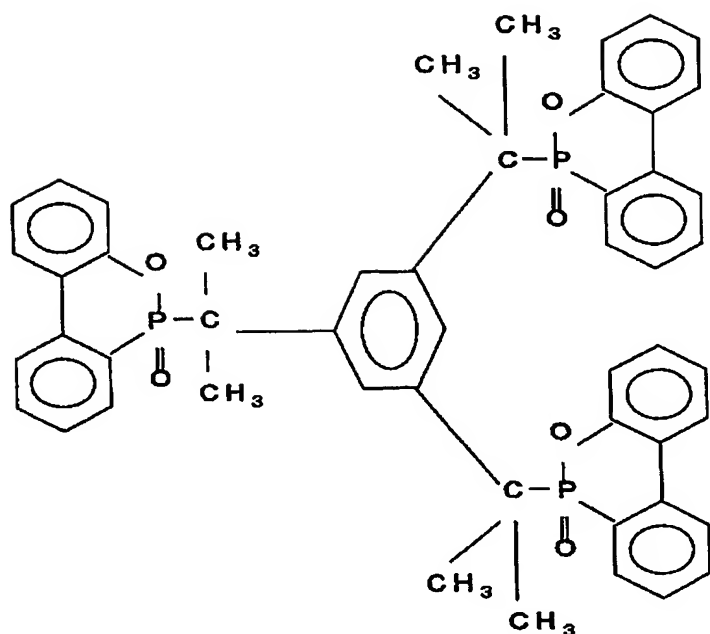


* 5 :
【0078】
【化42】



* 6 :
【0079】

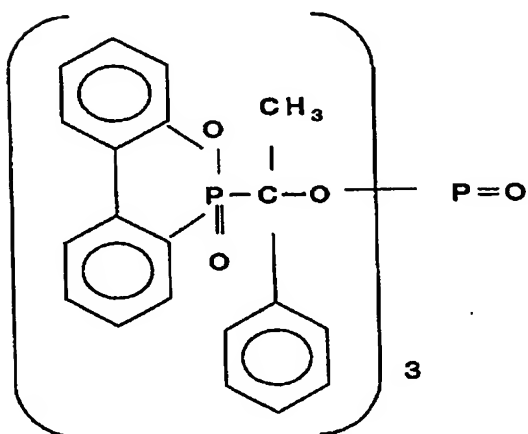
【化43】



* 7 :

【0080】

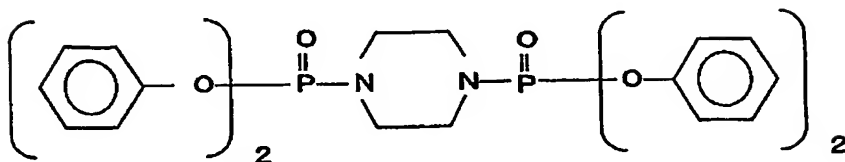
【化44】



* 8 :

【0081】

【化45】



* 9 : U-ポリマー U-100、ユニチカ (株) 製

* 10 : PKP-53、富士タルク (株) 製

* 11 : イムシルA-8、UNIMIN社製

得られた繊維を用いて、強伸度、難燃性、光沢、透明性、耐失透性、コールドセット性、カール保持力、アイロンセット性を評価した結果を表2、表3に示す。

【0082】

【表2】

		実施例									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
織度 (dtex)		52	51	50	52	52	50	53	50	52	52
強度 (cN/dtex)		2.9	2.7	2.7	2.7	2.7	2.6	2.4	2.3	2.3	2.2
伸度 (%)		48	45	45	45	47	46	41	40	48	4.8
難燃性	燃焼性	○	◎	◎	◎	○	◎	○	◎	○	◎
	耐ドリップ性	○	◎	◎	◎	◎	◎	○	○	○	○
光沢		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
透明性		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
耐失透性		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
カールセツト性		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
アイロンセツト (180℃)	融着	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	縮れ/糸切れ	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	ロッドアウト	○	○	○	○	○	○	○	○	△	△
	セツト性	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

【0083】

【表3】

	実施例			比較例		
	11	12		1	2	3
線度 (d tex)	53	50		48	50	49
強度 (cN/d tex)	2.6	2.3		2.0	2.0	2.5
伸度 (%)	42	46		63	58	46
難燃性	◎	○	燃焼性	△	△	◎
			耐ドリップ性	×	×	○
光沢	○	○		△	△	×
透明性	○	○		△	△	○
耐失透性	○	○		△	△	△
カールセツト性	○	○		○	○	○
アイロンセツト (180℃)	○	○	融管	×	×	○
			縮れ/糸切れ	△	△	○
			ロッドアウト	×	×	△
			セツト性	○	○	○

(比較例1)

水分量100ppm以下に乾燥したポリエチレンテレフタレート（ベルベットEFG-85A、日本ユニペット（株）製）100重量部に対し、1, 3-フェニレンビス（ジキシレニルホスフェート）10重量部、酸化チタン1重量部、着色用ポリエステルペレットPESM6100 BLACK（大日精化工業（株）製、カーボンブラック含有量30%）2重量部を添加してドライブレンドし、ノズル径0.5mmの丸断面ノズル孔を有する紡糸口金を用いて熔融ポリマーを吐出し、口金下25cmの位置に設置した水温30℃の水浴中で冷却し、100m/分の速度で巻き取って未延伸糸を得た。得られた未延伸糸を80℃の温水浴中で延伸を行い、4倍延伸糸とし、200℃に加熱したヒートロールを用いて、100m/分の速度で巻き取り、熱処理を行い、単繊維織度が49d texのポリエステル系繊維（マルチフィラメント）を得た。

(比較例2)

水分量100ppm以下に乾燥したポリエチレンテレフタレート（ベルベットEFG-85A、日本ユニペット（株）製）100重量部に対し、1, 3-フェニレンビス（ジキシレニルホスフェート）10重量部、タルク（PKP-53、富士タルク（株）製）0.8重量部、シリカ（イムシルA-8、UNIMIN社製）0.8重量部着色用ポリエステルペレットPESM6100 BLACK（大日精化工業（株）製、カーボンブラック含有量30%）2重量部を添加し、比較例1と同様にし、単繊維織度が50d texのポリエステル系繊維（マルチフィラメント）を得た。

(比較例3)

水分量100ppm以下に乾燥したポリエチレンテレフタレート（ベルベットEFG-85A、日本ユニペット（株）製）100重量部に対し、トリス（トリプロモネオペンチル）ホスフェート（CR-900、大八化学工業（株）製）10重量部、着色用ポリエステ

ルペレット PESM6100 BLACK (大日精化工業 (株) 製、カーボンブラック含有量 30%) 2 重量部を添加し、比較例 1 と同様にし、単繊維繊度が 48 d t e x のポリエステル系繊維 (マルチフィラメント) を得た。

水分量 100 p p m 以下に乾燥したポリエチレンテレフタレート (ベルベット EFG-85A、日本ユニペット (株) 製) 100 重量部に対し、トリス (トリプロモネオペンチル) ホスフェート (CR-900、大八化学工業 (株) 製) 10 重量部、着色用ポリエステルペレット PESM6100 BLACK (大日精化工業 (株) 製、カーボンブラック含有量 30%) 2 重量部を添加し、比較例 1 と同様にし、単繊維繊度が 48 d t e x のポリエステル系繊維 (マルチフィラメント) を得た。

得られた繊維を用いて、強伸度、難燃性、光沢、透明性、耐失透性、コールドセット性、カール保持力、アイロンセット性を評価した結果を表 3 に示す。

【書類名】要約書

【要約】

【課題】 通常のポリエステル繊維の耐熱性、強伸度など繊維物性を維持し、難燃性、セツト性、耐ドリップ性、透明性、耐失透性に優れ、繊維の艶がコントロールされたポリエステル系人工毛髪用繊維およびそれを用いた人工毛髪を提供する。

【解決手段】 ポリアルキレンテレフタレートおよびポリアルキレンテレフタレートを主体とした共重合ポリエステルの1種以上からなるポリエステル(A) 100重量部に対し、有機環状リン化合物および／またはリン酸エステルアミド化合物(B) 2～20重量部を溶融混練して得られる組成物、およびそれらに有機微粒子(C)および／または無機微粒子(D)を混合した組成物を溶融紡糸することで、上記課題を解決した難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維が得られる。

【選択図】 なし

様式XML01

特願 2003-308371

出願人履歴情報

識別番号

[000000941]

1. 変更年月日 1990年 8月27日
[変更理由] 新規登録
住 所 大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号
氏 名 鐘淵化学工業株式会社
2. 変更年月日 2004年 9月 1日
[変更理由] 名称変更
住 所 大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号
氏 名 株式会社カネカ